




## Flat felted and interlaced xonotlite crystals, and their manufacture

**Patent number:** DE3621705  
**Publication date:** 1988-01-14  
**Inventor:** POTENCIK ISTVAN DR (DE); URMANN ERNST DR (DE); KRETSCHMER MATTHIAS DR (DE)  
**Applicant:** GIULINI CHEMIE (DE)  
**Classification:**  
- **international:** C01B33/24; C09C1/28; C09C3/04; C08K3/34; C08J5/04; D21H3/82  
- **european:** C01B33/24, C04B14/04, C04B30/02, C08K3/34, D21H13/38  
**Application number:** DE19863621705 19860628  
**Priority number(s):** DE19863621705 19860628

**Also published as:**

 EP0250739 (A2)  
 JP63008209 (A)  
 EP0250739 (A3)

Abstract not available for DE3621705

Abstract of correspondent: EP0250739

Primary crystals of the xonotlite type felted and crosslinked with one another in two dimensions are prepared by hydrothermal crystallisation. The particular feature of the process is the use of shearing forces by the rotor/stator principle.

Xonotlite prepared in this manner can be used for reinforcing web-like and film-like sheet structures made of plastic, paper and cardboard.

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑪ DE 3621705 C2

⑤① Int. Cl. 4:  
C 01B 33/24  
C 08 K 3/34

②① Aktenzeichen: P 36 21 705.0-41  
②② Anmeldetag: 28. 6. 86  
②③ Offenlegungstag: 14. 1. 88  
②④ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 16. 3. 88

DE 3621705 C2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:  
Giulini Chemie GmbH, 6700 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:  
Urmann, Ernst, Dr., 6700 Ludwigshafen, DE;  
Potencsik, Istvan, Dr., 6800 Mannheim, DE;  
Kretschmer, Matthias, Dr., 6704 Mutterstadt, DE

⑤② Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

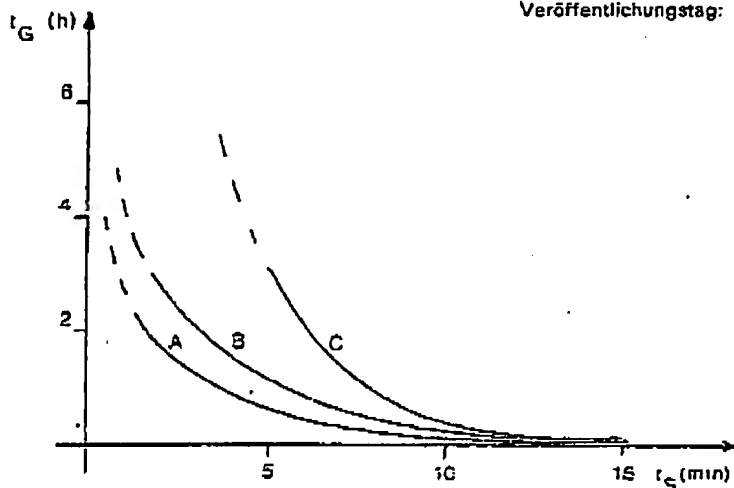
DE-OS 29 36 169  
DE-OS 24 02 670  
EP 00 09 836

⑤④ Verfahren zur Herstellung von flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Primärkristallen vom  
Xonolith-Typ und ihre Verwendung

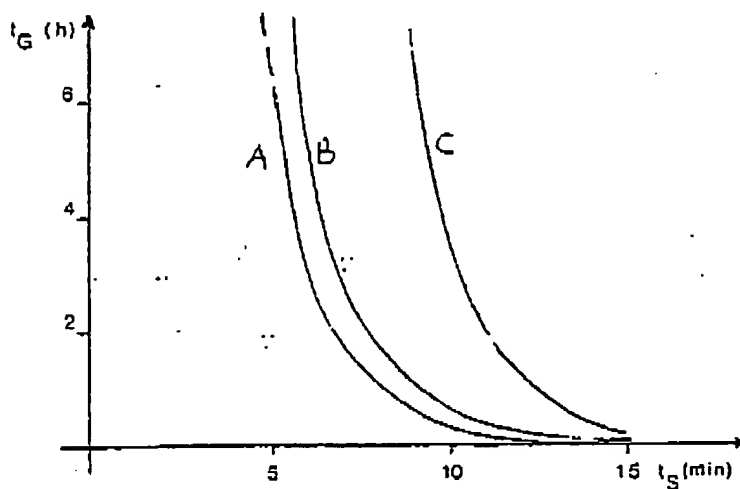
DE 3621705 C2

ZEICHNUNGEN BLATT 1

Nummer: 38 21 705  
 Int. Cl.<sup>4</sup>: C 01 B 33/24  
 Veröffentlichungstag: 16. März 1989



**Abb. 1:**  $t_G$  = Gelzeit;  $t_S$  = Zeit der Scherbehandlung  
 Volumen der Suspensionen der Komponenten: A = 1000 ml  
 B = 1500 ml  
 C = 2000 ml



**Abb. 2:**  $t_G$  = Gelzeit;  $t_S$  = Zeit der Scherbehandlung  
 Volumen der Synthesemischung: A = 1000 ml  
 B = 1500 ml  
 C = 2000 ml

908 111/312

## BEST AVAILABLE COPY

PS 36 21 705

1  
Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Primärkristallen vom Xonolit-Typ durch Umsetzung einer  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$  und/oder  $\text{Ca(OH)}_2$  und Wasser enthaltenden Synthesemischung bei erhöhten Temperaturen unter Gelbildung und hydrothermale Kristallisation der Aufschlammung bei Temperaturen oberhalb  $175^\circ\text{C}$ , dadurch gekennzeichnet, daß man vor und/oder während und/oder nach Bereitung der Synthesemischung unter Gelbildung bei Temperaturen zwischen  $25$  und  $80^\circ\text{C}$  und/oder während der Kristallisation bei Temperaturen oberhalb  $175^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $180$  bis  $230^\circ\text{C}$ , Scherkräfte auf die wäßrigen Suspensionen der Komponenten und/oder Komponentenmischung (Synthesemischung) einwirken läßt, wobei man die Scherkräfte mit einem Rührer nach dem Rotor-Stator-Prinzip mit einer Rotor-Umfangsgeschwindigkeit von mindestens  $16\text{ m/sec}$  erzeugt, in der Synthesemischung ein Molverhältnis  $\text{CaO}:\text{SiO}_2$  von  $0,9$  zu  $1$  bis  $1,2$  zu  $1$  einstellt, wobei die Synthesemischung aus einer  $3$ - bis  $10$ gewichtsprozentigen  $\text{SiO}_2$ -Suspension und einer  $3$ - bis  $10$ gewichtsprozentigen  $\text{Ca(OH)}_2$ -Suspension hergestellt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Scherkräfte vor der hydrothermalen Kristallisation so lange auf die Synthesemischung einwirken läßt, bis der Gelgehalt mindestens  $80\text{ Gew.}\%$ , bezogen auf die eingesetzte Menge von  $\text{CaO}$  und  $\text{SiO}_2$ , beträgt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Synthesemischung aus einer  $10,1$ - bis  $20$  gewichtsprozentigen, unter Einwirkung von Scherkräften hergestellten wäßrigen  $\text{SiO}_2$ -Suspension und einer  $10,1$ - bis  $20$  gewichtsprozentigen, unter Einwirkung von Scherkräften hergestellten wäßrigen  $\text{Ca(OH)}_2$ -Suspension herstellt, diese Synthesemischung durch Zugabe von Wasser auf einen maximalen Feststoffgehalt von  $5$  bis  $10\text{ Gew.}\%$  einstellt und einer Scherkräfteinwirkung unterwirft.

4. Verwendung der flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Xonolitkristalle, hergestellt nach den Ansprüchen 1 bis 3, zur Verstärkung von bahnförmigen und folienförmigen Flächengebilden aus Kunststoff, Papier, Karton und Pappe.

5. Verwendung der flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Xonolitkristalle, hergestellt nach den Ansprüchen 1 bis 3, zur Verstärkung von bahnförmigen und folienartigen Flächengebilden, die ganz oder teilweise aus anorganischen Materialien bestehen.

## Beschreibung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Primärkristallen vom Xonolit-Typ und ihre Verwendung in papier-, pappe- oder kartonartigen Gebilden.

Xonolit ist bekanntlich ein Calciumsilikathydrat (Calciumhydrosilikat), das sowohl als Mineral in der Natur vorkommt als auch durch Hydrothermalsynthese aus calcium- und siliciumhaltigen Verbindungen hergestellt werden kann. Es besitzt die Formel



und zeigt nadelförmige Kristallstruktur.

Weiterhin ist bekannt, daß die bei der hydrothermalen Synthese gebildeten nadelförmigen Xonolitkristalle eine sehr hohe Agglomerationsneigung zeigen und praktisch ausschließlich als hohlkugelförmige Teilchen mit Sekundärstruktur anfallen. Unvernetzte nadelförmige Kristalle können auf hydrothermale Wege nur sehr schwierig, wenn überhaupt, hergestellt werden.

Es ist nicht überraschend, daß die Anwendungsgebiete der wasserhaltigen Calciumsilikate, insbesondere Calciumsilikate des Xonolit-Typs, weitestgehend von der Struktur der Sekundärpartikel bestimmt werden. Hohlkugelförmige Sekundärpartikel haben eine geringe Dichte und weisen eine für viele Zwecke ausreichende mechanische Festigkeit auf. Sie sind wegen dieser Struktur besonders zur Herstellung von leichtgewichtigen thermischen Isolierkörpern geeignet. Als verstärkende Füllstoffe in Kunststoffen, papier-, pappe- und kartonartigen Gebilden werden dagegen die hohlkugelförmigen Sekundärteilchen nicht eingesetzt.

Hohlkugelförmige Sekundärteilchen sind gegenüber mechanischer Beanspruchung sehr stabil. Dagegen soll gemäß CA 96 (1982) 204503h ein Teil der Sekundärteilchen durch Säurebehandlung, wahrscheinlich Herauslösen von Calcium, zerstört werden.

Xonolitteilchen mit der vorerwähnten Sekundärstruktur sind ausführlich beschrieben in der US-PS 41 62 924. Demnach entstehen bei der hydrothermalen Synthese aus Calciumoxid, Siliciumdioxid und Wasser hohlkugelförmige Sekundärpartikel, die aus nadel- bis faserförmigen, miteinander verfilzten und vernetzten Xonolitprimärkristallen aufgebaut sind.

Die Herstellung von kristallinen Calciumhydrosilikaten, insbesondere Xonoliten, enthaltenden thermischen Isolierkörpern und Baumaterialien geringer Dichte ist auch bereits Gegenstand zahlreicher Patente und Patentanmeldungen. In Abhängigkeit von den Verfahrensparametern können die bekannt gewordenen Herstellungsprozesse in zwei Gruppen eingeteilt werden:

a) die Ausgangsstoffe ( $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) werden unter Bildung einer kristallinen Calciumhydrosilikataufschlammung hydrothermal umgesetzt, anschließend geformt und getrocknet. Vor oder nach der hydrothermalen Umsetzung werden der Suspension üblicherweise noch faserförmige Stoffe zur Erhöhung der mechanischen Festigkeit zugesetzt. Ein derartiges Verfahren ist z. B. Gegenstand der US-PS 38 16 149 und DE-PS 29 53 526.

b) die Ausgangsstoffe ( $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) werden zu einem gelartigen Produkt, das in der Literatur und hier auch als CSH-Phase bezeichnet wird, umgesetzt, das anschließend in einer Form im Autoklaven gehärtet wird, wobei das kristalline Calciumhydrosilikat entsteht, das üblicherweise Tobermorit und/oder Xonolit ist. Auch bei dieser Herstellungsweise können dem gelartigen Zwischenprodukt oder der Ausgangsmischung faserförmige Materialien zur Festkeitssteigerung zugesetzt werden. Die Tobermorit- bzw. Xonolitkristallbildung erfolgt demnach im Formkörper. In der US-PS 33 17 643 und EU-A 00 33 522 sind Prozesse vorstehender Art beschrieben.

In der DE 33 06 328 A1 wird bereits vorgeschlagen, nadelförmige Xonolitkristalle eines bestimmten Län-

## BEST AVAILABLE COPY

PS 36 21 705

3

gen-Breiten-Verhältnisses in papier-, karton- oder pappenartigen Werkstoffen als Füllstoff zu verwenden. Die erzielte Gefügesteifigkeit der Werkstoffe wird dabei der Wasserstoffbrückenbindungsfähigkeit des Restfeuchte enthaltenden Xonoliths zugeschrieben. Eigene Versuche haben nunmehr gezeigt, daß hohlkugelförmige Sekundärteilchen, die aus den nadelförmigen Xonolithkristallen gemäß DE 33 08 328 A1 bestehen, zur Verbesserung der Gefügesteifigkeit in papier-, karton- oder pappenartigen Werkstoffen wenig geeignet sind.

Es stellte sich somit die Aufgabe, ein technisch brauchbares Verfahren zur Gewinnung von nicht hohlkugelförmigen Xonolithteilchen zu finden, die zur Erhöhung der Gefügesteifigkeit von flächenförmigen Gebilden besser geeignet sind als die hohlkugelförmigen.

Es wurde bereits verschiedentlich versucht, die Bildung der Sekundärteilchen bei der hydrothermalen Synthese zu verhindern. Nach CA 89 (1978) 75913 w soll dies möglich sein, wenn die hydrothermale Synthese in Gegenwart von organischen Silikonen erfolgt. Das erhaltene Xonolithpulver soll sich als Füllstoff in Kunststoffen besser dispergieren lassen. Andere organische und anorganische Zusätze sind für den angegebenen Zweck ebenfalls schon getestet worden. Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Oberflächeneigenschaften der gebildeten Calciumhydroxysilikate durch derartige Maßnahmen erheblich verändert werden. Oft erhält man dabei auch lediglich kleinere Sekundärpartikel.

Die gestellte Aufgabe wird durch die Merkmale der Ansprüche gelöst.

Daß durch die Einwirkung von Scherkräften auf die Synthesemischung, gegebenenfalls auch auf die Suspension der beiden Ausgangskomponenten CaO und SiO<sub>2</sub>, die Bildung von hohlkugelförmigen Xonolith-Sekundärteilchen bei der hydrothermalen Kristallisation verhindert werden kann, war aus dem Stand der Technik nicht vorhersehbar; auch war nicht vorhersehbar, daß sich anstelle der hohlkugelförmigen Sekundärteilchen flächenförmig vernetzte Sekundärteilchen bilden würden.

Zur Erzeugung der Scherkräfte geeignet erwiesen sich Rührer, die nach dem Rotor/Stator-Prinzip arbeiten, wie beispielsweise der Ultra-Turrax® und der Dispac-Reactor® der Firma JAHNKE & KUNKEL.

Besonders günstig ist es, die Scherkräfte bereits bei der Bereitung der Synthesemischung einwirken zu lassen, und zwar bei etwas erhöhter Temperatur. Temperaturen von 25 bis 80°C sind geeignet.

Die hydrothermale Kristallisation der Synthesemischung oder CSH-Phase kann gemäß der Erfindung ebenfalls unter Einwirkung von Scherkräften erfolgen, wobei die Temperatur oberhalb 175°C liegen muß. 180 bis 230°C sind bei der Kristallisation besonders günstig.

Die nach dem neuen Verfahren hergestellten Xonolithkristalle sind flächenförmig miteinander verfilzt und vernetzt. Sie sind zur Verstärkung von bahnförmigen oder folienartigen Flächegebilden aus Kunststoff, Papier und Pappe wegen ihrer festigkeitssteigernden Wirkung hervorragend geeignet. Außerdem bewirken sie eine schwere Entflammbarkeit der Flächegebilde. An dieser Stelle ist weiterhin erwähnenswert, daß die neuen, flächenförmig miteinander verfilzten und vernetzten Xonolithkristalle in besonders hohem Maße geeignet sind zur Verstärkung von Flächegebilden, die ganz oder teilweise aus anorganischen Fasern, wie Glas- und Mineralfasern bestehen. Derartige Flächegebilde weisen als Asbestsubstitute die vorragende Eigenschaften auf.

4

Die Breite der flächenförmig vernetzten Primärkristalle ist meistens kleiner als 1 µm und die Länge kleiner als 5 µm. Dabei kann die BET-Oberfläche 30 bis 120, vorzugsweise 60 bis 100 m<sup>2</sup>/g betragen.

Ein anderer Vorteil des neuen Verfahrens wird darin gesehen, daß die Bildung der CSH-Phase im Vergleich zu bekannten Verfahren wesentlich schneller abläuft. Auch kann bei der Weiterverarbeitung der erfindungsgemäß hergestellten CSH-Phase die Reaktionszeit bei der hydrothermalen Kristallisation zu Xonolith bis auf etwa die Hälfte reduziert werden.

Eine Aktivierung der hydrothermalen Kristallisation wird in der DE-PS 24 02 670 beschrieben. Bei dem dort beschriebenen Verfahren geht man von einer Synthesemischung aus, in der die Menge an Wasser 2,5- bis 20mal so groß ist wie das Gesamtgewicht der Rohmaterialien. Außerdem enthält die Synthesemischung zur Beschleunigung der Reaktionsgeschwindigkeit noch Alkalien. Die Mischung wird zunächst 1 bis 5 Stunden auf 50 bis 100°C erhitzt, wobei ein gelartiges Zwischenprodukt (CSH-Phase) von mehr als 50 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmenge an CaO und SiO<sub>2</sub> im Ausgangsmaterial, entstehen soll. Anschließend wird das Zwischenprodukt kontinuierlich durch Zugabe der 10- bis 25-fachen Gewichtsmenge von unter Druck stehendem Wasser hoher Temperatur in weniger als 5 Minuten auf über 160°C erhitzt, wobei die Reaktionsmischung über einen Zeitraum von 0,5 bis 4 Stunden bei dieser Temperatur stehen gelassen wird. Durch Zugabe von geringen Mengen an Magnesiumoxid soll die hydrothermale Kristallisation beschleunigt werden, nicht jedoch die Bildung der CSH-Phase. Flächenförmig miteinander verfilzte und vernetzte Primärkristalle von Xonolith werden bei diesem Verfahren nicht erhalten. Wie bei den anderen bekannten Verfahren fallen praktisch nur hohlkugelförmige Teilchen mit geringer Dichte an, die zur Herstellung von leichtgewichtigen thermischen Isolierkörpern eingesetzt werden.

Nach einer weiteren Ausführungsform der Erfindung kann auch eine zusätzliche oder ausschließliche Scherung während der hydrothermalen Kristallisation erfolgen. Bei beiden Verfahrensweisen entstehen flächenförmig vernetzte Xonolithkristalle.

Als kiesel säurehaltiges Material wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise amorphes Material eingesetzt, insbesondere Diatomeerde, Fällungskieselsäure oder bei der Herstellung von Silicium oder Ferrosilicium anfallender Filterstaub. Kristallines kiesel säurehaltiges Material kann zwar auch eingesetzt werden, jedoch sollte dann die Partikelgröße kleiner als 10 µm sein.

Als kalkhaltiges Material kann sowohl gebrannter als auch gelöschter Kalk (Calciumhydroxid) Verwendung finden.

Anhand der nachstehenden Beispiele wird der Gegenstand der Erfindung nunmehr näher erläutert:

## Beispiel 1

Zu 1000 (1500, 2000) ml Wasser werden 68 (102, 136) g SiO<sub>2</sub> (Fällungskieselsäure, SiO<sub>2</sub> 88,4%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> < 0,2%, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> < 1,5%, BET-Oberfläche > 100 m<sup>2</sup>/g) gegeben und die Aufschlämmungen mit einem Ultra-Turrax® der Fa. JAHNKE & KUNKEL je 5, 10 und 15 Minuten lang behandelt (Umfangsgeschwindigkeit des Rotors: 27 m/sec). Zu 1000 (1500, 2000) ml Wasser werden 61 (92, 122) g gebrannter Kalk (CaO 97,6%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1%, CO<sub>2</sub> 0,8%) gegeben. Die Aufschlämmungen werden

## BEST AVAILABLE COPY

PS 36 21 705

5

ebenfalls je 5, 10 und 15 Minuten lang mit o. a. Dispergiergerät bei gleicher Umfangsgeschwindigkeit des Rotors gerührt. Anschließend werden gleiche Volumina von jeweils zwei gleich lange dispergierten Suspensionen ( $\text{SiO}_2$  und  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) zusammengegeben, und zwar jeweils Suspensionen mit gleicher Konzentration. Die Mischung (Molverhältnis  $\text{CaO} : \text{SiO}_2 \sim 1,06 : 1$ ) wird erneut über einen Zeitraum von 5 Minuten mit dem Ultra-Turrax® behandelt. Die Temperaturen der Mischungen sind max.  $80^\circ\text{C}$  oder darunter. Anschließend wird die Zeit gemessen, die beim Stehen der Mischung ohne Rühren bis zum Erstarren verstreicht (Gelzeit).

In Abb. 1 ist die Abhängigkeit der Gelzeit von der Scherbehandlungsdauer graphisch aufgetragen. Die graphische Darstellung zeigt, daß die Gelzeit mit abnehmendem Volumen und zunehmender Scherbehandlungsdauer schnell absinkt. Die Röhrenergie ist bei allen Versuchen gleich.

## Beispiel 2

Zu 1000 (1500, 2000) ml Wasser werden 34 (51, 68) g  $\text{SiO}_2$  der gleichen Zusammensetzung wie in Beispiel 1 und 30,5 (46, 61) g  $\text{CaO}$  der gleichen Zusammensetzung wie in Beispiel 1 gegeben. Die Suspensionen werden mit einem Ultra-Turrax® bei einer Umfangsgeschwindigkeit des Rotors von 21 m/sec während jeweils 5, 10 und 15 Minuten geschert. Das Molverhältnis von  $\text{CaO} : \text{SiO}_2$  beträgt 1,06 : 1. Anschließend wird die Gelzeit gemessen. Die Temperaturen der Mischungen waren gleich oder kleiner als  $80^\circ\text{C}$ .

In Abb. 2 ist die Abhängigkeit der Gelzeit von der Scherbehandlungsdauer aufgetragen. Man sieht, daß bei dieser Versuchsanordnung längere Scherbehandlungszeiten zur Erzielung der gleichen Gelzeiten erforderlich sind als im Beispiel 1.

## Beispiel 3

In diesem Beispiel wird der bei der Scherbehandlung erzielte Umsetzungsgrad in der CSH-Phase bestimmt, und zwar bei den nach Beispiel 1 hergestellten Synthesemischungen. Es werden 2000 ml einer 3 Gew.-% Calciumoxid und 3 Gew.-% Kieselsäure enthaltenden Suspension entsprechend Beispiel 1 hergestellt. 0, 10, 20, 30, 40 und 50 Minuten nach Beendigung der Scherbehandlung mit dem Ultra-Turrax® werden Proben von je 100 ml entnommen und auf einer Porzellanfiltrernutsche abgesaugt, mit Alkohol gewaschen und getrocknet. Nach dem Trocknen werden die Proben 2 Stunden bei  $900^\circ\text{C}$  gegläht und Röntgendiagramme angefertigt. Bei vollständiger Umsetzung der Komponenten  $\text{CaO}$  und  $\text{SiO}_2$  und Wasser zur CSH-Phase mit einem Molverhältnis  $\text{CaO} : \text{SiO}_2$  von 1 : 1 muß aus diesen Phasen beim Erwärmen auf  $900^\circ\text{C}$  die vollständige Umwandlung in Wollastonit,  $\text{CaSiO}_3$ , zu beobachten sein.

Abb. 3 zeigt das Röntgendiagramm der geglähten Probe, die nach 40 Minuten aus der Suspension gezogen wurde. Die Röntgenreflexe sind vollständig als Wollastonit indizierbar (s. Tab. 1).

## Beispiel 4

Die Versuchsausführung entspricht dem Beispiel 3; anstelle des dort eingesetzten Ultra-Turrax-Rührers wird als Rührwerk jedoch ein üblicher Laborrührer mit Kreuzbalken (ca. 500 u/min) eingesetzt.

Abb. 5 zeigt das Röntgendiagramm einer nach 40 Mi-

6

nuten gezogenen Probe, die nach Filtration, Waschen und Trocknung, 2 Stunden auf  $900^\circ\text{C}$  erhitzt wurde. Die Röntgenreflexe sind nicht als die von Wollastonit indizierbar (s. Tab. 1).

## Beispiel 5

Die Versuchsausführung entspricht der des Beispiels 3; als kiesel säurehaltiges Material wird ein Abfallprodukt aus der Si-Produktion eingesetzt ( $\text{SiO}_2$  96,5%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  0,3%,  $\text{Na}_2\text{O}$  0,1%, BET-Oberfläche  $22 \text{ m}^2/\text{g}$ ).

Abb. 4 zeigt das Röntgendiagramm einer nach 40 Minuten gezogenen und mit Alkohol gewaschenen Probe, die 2 Stunden lang auf  $900^\circ\text{C}$  erhitzt worden ist. Die Röntgenreflexe sind ebenfalls vollständig als die von Wollastonit indizierbar (s. Tab. 1).

## Beispiel 6

Eine nach Beispiel 1 hergestellte Synthesemischung wird in einen mit einem Ankerrührer versehenen Autoklaven gefüllt und 30 Minuten bei einer Temperatur von  $215^\circ\text{C}$  (20 bar) erhitzt.

Abb. 6 zeigt das Röntgendiagramm des erhaltenen Xonotlits und Abb. 7 eine REM-Aufnahme der nahezu flächen/örmig untereinander vernetzten Xonotlitskristalle.

## Beispiel 7 (Vergleichsbeispiel)

Eine nach Beispiel 4 hergestellte Synthesemischung wird unter den in Beispiel 6 genannten Reaktionsbedingungen im Autoklaven hydrothermal umgesetzt. Das in Abb. 8 gezeigte Röntgendiagramm zeigt, daß die Umsetzung zu Xonotlit nicht vollständig ist.

## BEST AVAILABLE COPY

PS 36 21 705

7

8

Tabelle 1

 $d$ -Werte ( $10^{-1}\text{nm}$ )

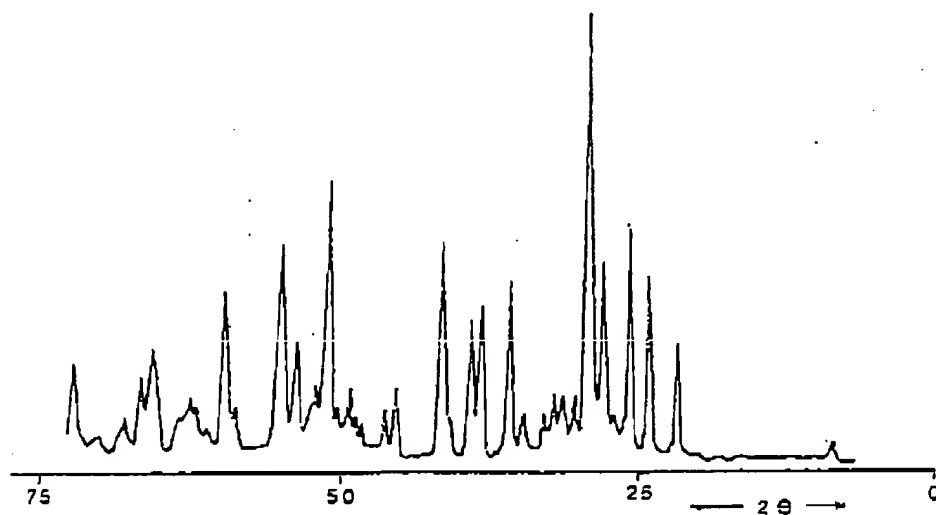
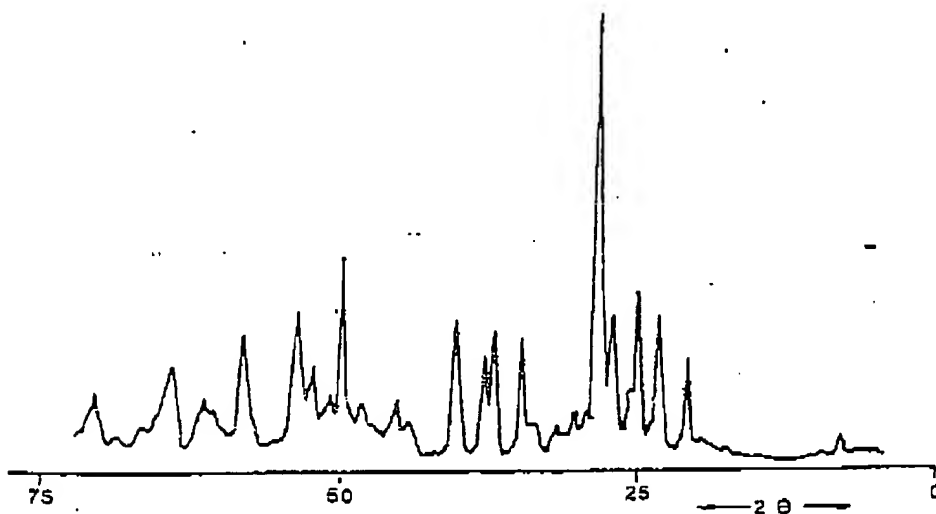
$\beta$ -CaSiO <sub>3</sub>	Beispiel 3	Beispiel 5	Beispiel 4
3.84	3.86	3.85	—
3.51	3.54	3.52	—
3.31	3.33	3.32	3.36
3.08	3.10	3.11	—
2.976	2.991	2.98	—
2.790	2.798	—	—
2.750	2.742	—	2.754
2.712	2.730	—	—
2.470	2.483	2.484	2.473
2.346	2.349	2.349	—
2.295	2.308	2.307	—
2.205	2.207	2.190	2.192
2.179	2.178	—	—
2.017	2.029	—	—
1.933	1.923	—	—
1.826	1.834	1.833	—
1.803	1.801	1.801	—
1.764	1.762	1.761	—
1.753	1.753	—	—
1.718	1.721	1.723	—
1.619	1.614	1.612	—
1.548	1.540	—	—
1.524	1.523	—	—
1.483	1.483	1.482	1.48
1.365	1.367	—	—

Philips-Pulver-Diffraktometer-System ADP-15:  
CuK $\alpha$  = 1.54

Hierzu 4 Blatt Zeichnungen

ZEICHNUNGEN BLATT 2

Nummer: 36 21 705  
Int. Cl.<sup>4</sup>: C 01 B 33/24  
Veröffentlichungstag: 16. März 1989

Abb. 3Abb. 4

908 111/312



ZEICHNUNGEN BLATT 3

Nummer: 36 21 705  
Int. Cl.: C 01 B 33/24  
Veröffentlichungstag: 18. März 1989

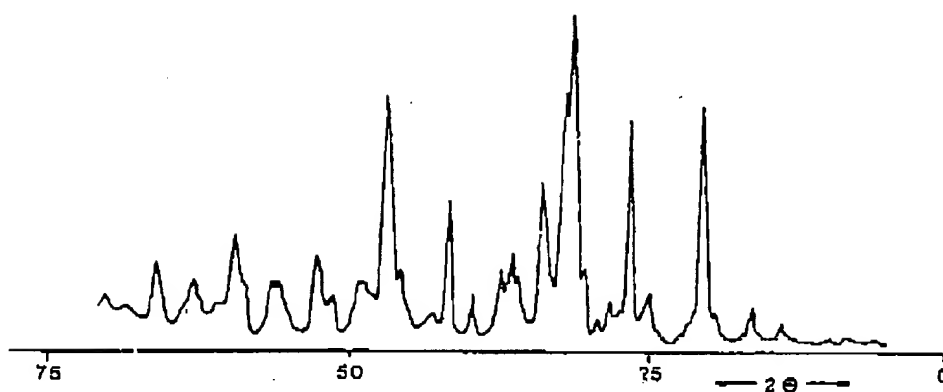


Abb. 5

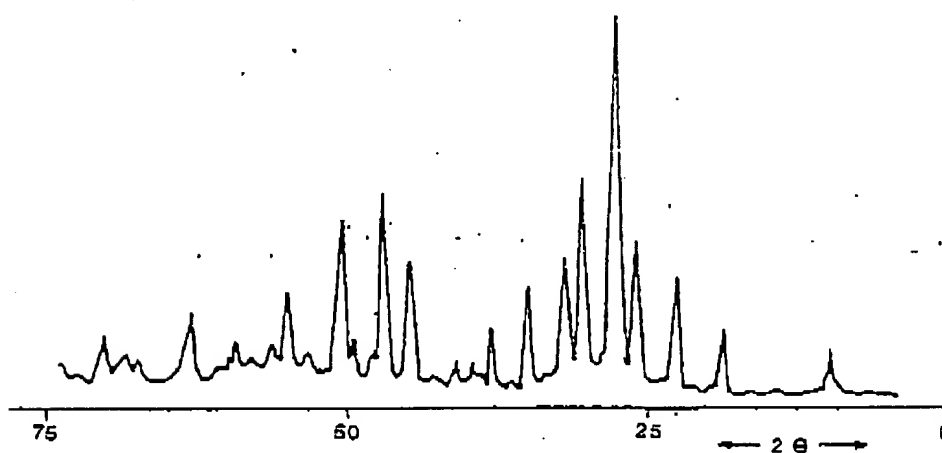
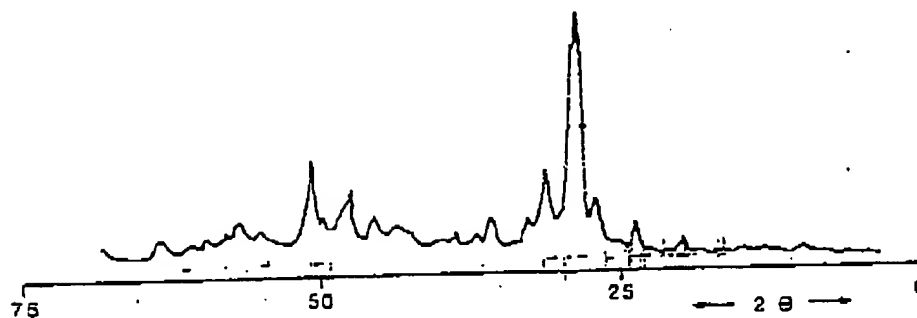
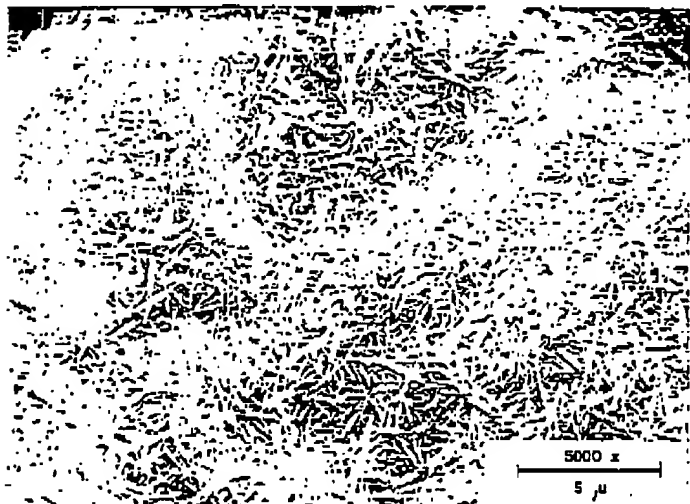


Abb. 6

ZEICHNUNGEN BLATT 1

Nummer: 36 21 705  
Int. Cl. 4: C 01 B 33/  
Veröffentlichungstag: 16. März 19

Abb. 8Abb. 7

BEST AVAILABLE COPY